

PCT/JP00/04070

日 本 国 特 許 庁

PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

#JEKU  
13.07.00

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application:

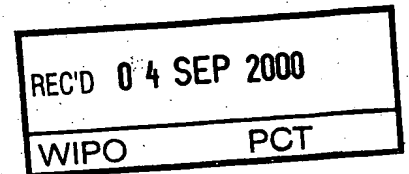
1999年10月21日

出 願 番 号  
Application Number:

平成11年特許願第298989号

出 願 人  
Applicant(s):

日本化薬株式会社



10/018856

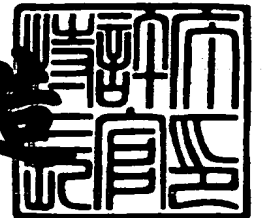
PRIORITY  
DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2000年 8月18日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2000-3064541

【書類名】 特許願  
【整理番号】 NKNB251  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 C06D 5/00  
【発明者】

【住所又は居所】 兵庫県姫路市北平野 3 - 3 - 1 4

【氏名】 久保 大理

【発明者】

【住所又は居所】 兵庫県姫路市豊富町豊富 3 9 0 3 - 3 9

【氏名】 佐藤 英史

【発明者】

【住所又は居所】 兵庫県姫路市豊富町豊富 3 9 0 3 - 3 9

【氏名】 児玉 了意

【発明者】

【住所又は居所】 兵庫県姫路市豊富町御蔭 7 4 6 - 3

【氏名】 池田 健治郎

【特許出願人】

【識別番号】 000004086

【氏名又は名称】 日本化薬株式会社

【代表者】 中村 輝夫

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 平成11年特許願第180178号

【出願日】 平成11年 6月25日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 010319

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】	要約書	1
【プルーフの要否】	要	

【書類名】 明細書

【発明の名称】 ガス発生剤組成物

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 燃料、酸化剤、及び添加剤を含有するガス発生剤組成物であって、その燃料が、少なくとも 1 種の高エネルギー性含窒素有機化合物と少なくとも 1 種の低エネルギー性含窒素有機化合物とからなり、且つ該低エネルギー性含窒素有機化合物の 5 0 % 平均粒径が  $40\ \mu\text{m}$  以下である上記ガス発生剤組成物。

【請求項 2】 前記低エネルギー性含窒素有機化合物の 5 0 % 平均粒径が  $20\ \mu\text{m}$  以下である請求項 1 に記載のガス発生剤組成物。

【請求項 3】 前記高エネルギー性含窒素有機化合物が、アミノテトラゾール、ニトログアニジン、トリアミノグアニジンナイトレートよりなる群から選ばれる少なくとも 1 種である請求項 1 又は 2 に記載のガス発生剤組成物。

【請求項 4】 前記低エネルギー性含窒素有機化合物が硝酸グアニジンである請求項 1 又は 2 に記載のガス発生剤組成物。

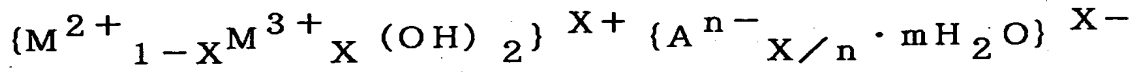
【請求項 5】 前記高エネルギー性含窒素有機化合物が、アミノテトラゾール、ニトログアニジン、トリアミノグアニジンナイトレートよりなる群から選ばれる少なくとも 1 種であり、前記低エネルギー性含窒素有機化合物が硝酸グアニジンである請求項 1 又は 2 に記載のガス発生剤組成物。

【請求項 6】 前記酸化剤が、アルカリ金属若しくはアルカリ土類金属の硝酸塩、過塩素酸塩若しくは塩素酸塩又は塩基性硝酸銅、である請求項 1 乃至 5 のいずれか 1 項に記載のガス発生剤組成物。

【請求項 7】 前記酸化剤が、相安定化硝酸アンモニウム又は過塩素酸アンモニウムと、アルカリ金属若しくはアルカリ土類金属の硝酸塩、過塩素酸塩若しくは塩素酸塩又は塩基性硝酸銅との混合物である請求項 1 乃至 5 のいずれか 1 項に記載のガス発生剤組成物。

【請求項 8】 前記添加剤が窒化珪素又は炭化珪素である請求項 1 乃至 7 のいずれか 1 項に記載のガス発生剤組成物。

【請求項 9】 前記添加剤が、次の一般式で示されるヒドロタルサイト類である請求項 1 乃至 8 のいずれか 1 項に記載のガス発生剤組成物。



ここで、

$M^{2+}$  : 2価金属

$M^{3+}$  : 3価金属

$A^{n-}$  : n価アニオン

$X$  :  $0 < X \leq 0.33$

【請求項10】前記ヒドロタルサイト類が、化学式  $Mg_6Al_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O$  で表される合成ヒドロタルサイト又は化学式  $Mg_6Fe_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O$  で表されるピロウライトである請求項9に記載のガス発生剤組成物。

【請求項11】前記添加剤が、カルボキシメチルセルロース、メチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロースよりなる群から選ばれる少なくとも1種のセルロース系バインダー又は天然高分子である請求項1乃至10のいずれか1項に記載のガス発生剤組成物。

【請求項12】前記燃料が5-アミノテトラゾール及び硝酸グアニジン、前記酸化剤が硝酸ストロンチウム、前記添加剤が窒化珪素及び合成ヒドロタルサイトである請求項1乃至11のいずれか1項に記載のガス発生剤組成物。

【請求項13】前記燃料が5-アミノテトラゾール及び硝酸グアニジン、前記酸化剤が硝酸ストロンチウム及び硝酸カリウム、前記添加剤が窒化珪素及び合成ヒドロタルサイトである請求項1乃至11のいずれか1項に記載のガス発生剤組成物。

【請求項14】前記燃料が5-アミノテトラゾール及び硝酸グアニジン、前記酸化剤が硝酸ストロンチウム及び塩基性硝酸銅、前記添加剤が窒化珪素及び合成ヒドロタルサイトである請求項1乃至11のいずれか1項に記載のガス発生剤組成物。

【請求項15】前記燃料がニトログアニジン及び硝酸グアニジン、前記酸化剤が硝酸ストロンチウム、前記添加剤が窒化珪素である請求項1乃至11のいずれか1項に記載のガス発生剤組成物。

【請求項 16】前記燃料がニトログアニジン及び硝酸グアニジン、前記酸化剤が硝酸ストロンチウム及び硝酸カリウム、前記添加剤が窒化珪素である請求項 1 乃至 11 のいずれか 1 項に記載のガス発生剤組成物。

【請求項 17】前記燃料がニトログアニジン及び硝酸グアニジン、前記酸化剤が硝酸ストロンチウム及び塩基性硝酸銅である請求項 1 乃至 11 のいずれか 1 項に記載のガス発生剤組成物。

【請求項 18】高エネルギー性含窒素有機化合物として 5-アミノテトラゾール 10～30 重量%、低エネルギー性含窒素有機化合物として硝酸グアニジン 5～30 重量%、酸化剤として硝酸ストロンチウム 30～70 重量%、添加剤として窒化珪素 0.5～10 重量%及び合成ヒドロタルサイト 2～10 重量%を含有する請求項 1 に記載のガス発生剤組成物。

【請求項 19】高エネルギー性含窒素有機化合物としてニトログアニジン 20～55 重量%、低エネルギー性含窒素有機化合物として硝酸グアニジン 5～30 重量%、酸化剤として硝酸ストロンチウム 30～60 重量%、添加剤として窒化珪素 0.5～10 重量%及び合成ヒドロタルサイト 2～10 重量%を含有する請求項 1 に記載のガス発生剤組成物。

【請求項 20】高エネルギー性含窒素有機化合物としてニトログアニジン 20～55 重量%、低エネルギー性含窒素有機化合物として硝酸グアニジン 5～30 重量%、酸化剤として硝酸ストロンチウム 30～60 重量%、添加剤として窒化珪素 0.5～10 重量%及びセルロース系バインダー 2～10 重量%を含有する請求項 1 に記載のガス発生剤組成物。

【請求項 21】更に 10 重量%以下の硝酸カリウムを含有する請求項 18 乃至 20 のいずれか 1 項に記載のガス発生剤組成物。

【請求項 22】更に 30 重量%以下の塩基性硝酸銅を含有する請求項 18 乃至 20 のいずれか 1 項に記載のガス発生剤組成物。

【請求項 23】前記セルロース系バインダーが、カルボキシメチルセルロース、メチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロースよりなる群から選ばれる少なくとも 1 種である請求項 20 に記載のガス発生剤組成物。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、自動車用エアバック又はプリテンショナーに有用なガス発生剤組成物に関する。特に、ガス発生剤として好適な燃焼特性を実現するためのガス発生剤組成物に関する。

【0002】

## 【従来の技術】

エアバック装置は、自動車乗員の安全性向上のため、近年広く採用されている乗員保護装置である。その原理は、センサが衝突を検知することにより電気信号を発し、ガス発生器を作動させて、エアバックを展開し、衝突による乗員の衝撃をやわらげる働きをする。ガス発生器に要求される性能としては、有害物を含まないガスを発生すること、所望の時間内に必要十分なガスを発生させること等が挙げられる。

【0003】

近年、これまで用いられてきたアジ化金属化合物に代わり、含窒素有機化合物を燃料とし、これと無機酸化剤と組み合わせられたガス発生剤が提案されている。これらはガス発生量が多く、製造工程における危険性が低いという利点を有している。しかしながら、これら含窒素有機化合物を燃料とするガス発生剤の多くは、 $2500\text{ J/g}$ 以上の高い燃焼熱を有しており、発生ガスが高温高压である為に、ガス発生器内に多くの冷却材を必要とする。また、燃焼の際に副生するスラグは高温である為に流動性が高く、スラグがガス発生器外へ流出して、最悪の場合、乗員へやけどを負わせる恐れもある。いずれも多くの冷却材を用いる事で改善は認められるものの、ガス発生器の寸法が増大し、ガス発生器の小型化、軽量化の流れに逆行することとなる。

【0004】

そこで、スラグ形成剤を添加する事によって、高い温度域でも高粘性を示すスラグを形成させ、それを効率よく捕集する方法が提案されている。特に、特開平4-265292では、二酸化珪素に代表される低温スラグ形成剤と、燃焼温度

近傍もしくはそれ以上の融点を有する固体を生成する高温スラグ形成剤の双方を添加し、捕集効率を高める方式が開示されている。しかしながら、スラグ形成剤自体はガス発生にほとんど寄与せず、ガス発生剤のガス発生量は、スラグ形成剤の添加量の増加にしたがって低下する。また、かかるスラグ形成剤の添加量の増加にしたがって、燃焼速度の低下を招く為にガス発生剤の調整が難しくなる。

一方、ガス発生剤の燃焼安定化及び燃焼時のガス発生挙動をコントロールするために、ガス発生器内に配置されるガス発生剤は一定の形状に成形されている。ガス発生剤の燃焼速度はガス発生剤組成物の構成成分や、構成成分の粒径によって変化する。従って、燃焼速度が遅いガス発生剤組成物の場合には、ガス発生剤成形体の単位形状を小さくするか、またはその総表面積を大きくすることにより、短時間で急速なガス発生を可能にしている。逆に、燃焼速度が速いガス発生剤組成物の場合には、ガス発生剤成形体の単位形状を大きくするか、またはその総表面積を小さくすることにより、所望のガス発生挙動を可能にしている。

#### 【0005】

ガス発生器における燃焼特性は、ほとんどの場合、用いられるガス発生剤の燃焼挙動により決定される。ガス発生器の燃焼特性は、例えば60リットルのタンク内でガス発生器を作動させて得られるタンク内圧力対時間の曲線で一般的に評価されている。近年、エアバック展開時に乗員に害を加えることのないように、いわゆるデパワー技術が注目されている。この目的のため、例えばガス発生器の60リットルタンクテストにおいて、着火から10～20ミリ秒のガス発生速度を緩やかにし、また20ミリ秒以降のガス発生速度を急にしたものが見込まれている。これによりガス発生器は、燃焼初期のガス発生速度が抑えられ、より理想的な乗員保護性能を発揮する。ガス発生剤の燃焼挙動は、その形状を変化させ、ガス発生量を計算する事で、ある程度燃焼挙動がコントロールできる。ガス発生剤の形状とガス発生量の関係は発射薬の分野で古くからの公知であり、例えば火薬ハンドブック p 279 (共立出版(株) 1987) 等を参照する事で、ガス発生剤の好適な形状は容易に決定できる。また、異なる燃焼速度のガス発生剤を2種以上組み合わせ、多段階に燃焼挙動をコントロールする方法も可能である。

#### 【0006】

このような方法でガス発生器の燃焼特性をコントロールするものとして、特開平 6-48880 には、2 種類の燃焼速度をもつガス発生剤からなるガス発生剤ディスクが開示されている。また、特開平 6-107108、特開平 6-107109 には、ガス発生剤表面の一部に不活性な燃焼抑制剤の皮膜を有したガス発生剤が開示されている。これらはいずれもガス発生剤成形体中に 2 種以上の燃焼特性を持つ成分が組み合わされており、ガス発生剤が着火するとまず、比較的燃焼しにくい層から燃焼し、60 リットルタンクテストにおける初期のガス発生速度を抑えるものである。これらのガス発生剤は、成形する際に従来より多くの工程を必要とし、また、ガス発生剤組成も少なくとも 2 種以上必要とする為に、製造にかかるコストが多額である。

#### 【0007】

また、特開平 10-87390、特開平 10-324588 には、ガス発生剤形状を規定したガス発生剤成形体が開示されている。これらは、ガス発生剤が燃焼するにしたがって、ガス発生剤の燃焼表面積をなるべく小さくならないように、むしろ大きくなるようにガス発生剤の形状を規定して所望の燃焼性能を得ようとしたものである。しかし、いずれの形状も、単孔もしくは多孔管状をなしており、ガス発生剤中に空洞を有する為、ガス発生器に充填する際の充填密度は低くなる。また、ガス発生剤の形状が限定される為、いろいろな形状のガス発生器に対応して、ガス発生剤の形状を変化させる事が難しい。

#### 【0008】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明は、自動車用エアバックまたはプリテンショナーに有用なガス発生剤組成物にあって、複雑な製造工程を必要とせず、また、ガス発生剤形状に制限を受けることなく、より理想的な乗員保護性能を実現する燃焼特性を示すガス発生剤組成物を提供する事である。

#### 【0009】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明者等は、上記課題を解決すべく鋭意検討した結果、ガス発生剤の組成を規定することにより、ガス発生剤の燃焼挙動が良好になることを見だし、本発

明を完成するに至ったものである。

【0 0 1 0】

すなわち、本発明は、

(1) 燃料、酸化剤、及び添加剤を含有するガス発生剤組成物であって、その燃料が、少なくとも1種の高エネルギー性含窒素有機化合物と少なくとも1種の低エネルギー性含窒素有機化合物とからなり、且つ該低エネルギー性含窒素有機化合物の50%平均粒径が $40\mu\text{m}$ 以下である上記ガス発生剤組成物、

(2) 前記低エネルギー性含窒素有機化合物の50%平均粒径が $20\mu\text{m}$ 以下である(1)に記載のガス発生剤組成物、

(3) 前記高エネルギー性含窒素有機化合物が、アミノテトラゾール、ニトログアニジン、トリアミノグアニジンナイトレートよりなる群から選ばれる少なくとも1種である(1)又は(2)に記載のガス発生剤組成物、

(4) 前記低エネルギー性含窒素有機化合物が硝酸グアニジンである(1)又は(2)に記載のガス発生組成物、

(5) 前記高エネルギー性含窒素有機化合物が、アミノテトラゾール、ニトログアニジン、トリアミノグアニジンナイトレートよりなる群から選ばれる少なくとも1種であり、前記低エネルギー性含窒素有機化合物が硝酸グアニジンである(1)又は(2)に記載のガス発生組成物、

(6) 前記酸化剤が、アルカリ金属若しくはアルカリ土類金属の硝酸塩、過塩素酸塩若しくは塩素酸塩又は塩基性硝酸銅、である(1)乃至(5)のいずれか1項に記載のガス発生剤組成物、

(7) 前記酸化剤が、相安定化硝酸アンモニウム又は過塩素酸アンモニウムと、アルカリ金属若しくはアルカリ土類金属の硝酸塩、過塩素酸塩若しくは塩素酸塩又は塩基性硝酸銅との混合物である(1)乃至(5)のいずれか1項に記載のガス発生剤組成物、

(8) 前記添加剤が窒化珪素又は炭化珪素である(1)乃至(7)のいずれか1項に記載のガス発生剤組成物、

(9) 前記添加剤が、次の一般式で示されるヒドロタルサイト類である(1)乃至(8)のいずれか1項に記載のガス発生剤組成物、

$\{M^{2+}_{1-X}M^{3+}_X(OH)_2\}^{X+} \{A^{n-}_{X/n} \cdot mH_2O\}^{X-}$   
 ここで、

$M^{2+}$  : 2価金属

$M^{3+}$  : 3価金属

$A^{n-}$  : n価アニオン

$X$  :  $0 < X \leq 0.33$

(10) 前記ヒドロタルサイト類が、化学式  $Mg_6Al_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O$  で表される合成ヒドロタルサイト又は化学式  $Mg_6Fe_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O$  で表されるピロウライトである (9) に記載のガス発生剤組成物、

(11) 前記添加剤が、カルボキシメチルセルロース、メチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロースよりなる群から選ばれる少なくとも1種のセルロース系バインダー又は天然高分子である (1) 乃至 (10) のいずれか1項に記載のガス発生剤組成物、

(12) 前記燃料が5-アミノテトラゾール及び硝酸グアニジン、前記酸化剤が硝酸ストロンチウム、前記添加剤が窒化珪素及び合成ヒドロタルサイトである (1) 乃至 (11) のいずれか1項に記載のガス発生剤組成物、

(13) 前記燃料が5-アミノテトラゾール及び硝酸グアニジン、前記酸化剤が硝酸ストロンチウム及び硝酸カリウム、前記添加剤が窒化珪素及び合成ヒドロタルサイトである (1) 乃至 (11) のいずれか1項に記載のガス発生剤組成物、

(14) 前記燃料が5-アミノテトラゾール及び硝酸グアニジン、前記酸化剤が硝酸ストロンチウム及び塩基性硝酸銅、前記添加剤が窒化珪素及び合成ヒドロタルサイトである (1) 乃至 (11) のいずれか1項に記載のガス発生剤組成物、

(15) 前記燃料がニトログアニジン及び硝酸グアニジン、前記酸化剤が硝酸ストロンチウム、前記添加剤が窒化珪素である (1) 乃至 (11) のいずれか1項に記載のガス発生剤組成物、

(16) 前記燃料がニトログアニジン及び硝酸グアニジン、前記酸化剤が硝酸ストロンチウム及び硝酸カリウム、前記添加剤が窒化珪素である (1) 乃至 (11)

) のいずれか 1 項に記載のガス発生剤組成物、

(17) 前記燃料がニトログアニジン及び硝酸グアニジン、前記酸化剤が硝酸ストロンチウム及び塩基性硝酸銅である (1) 乃至 (11) のいずれか 1 項に記載のガス発生剤組成物、

(18) 高エネルギー性含窒素有機化合物として 5-アミノテトラゾール 10～30 重量%、低エネルギー性含窒素有機化合物として硝酸グアニジン 5～30 重量%、酸化剤として硝酸ストロンチウム 30～70 重量%、添加剤として窒化珪素 0.5～10 重量%及び合成ヒドロタルサイト 2～10 重量%を含有する (1) に記載のガス発生剤組成物、

(19) 高エネルギー性含窒素有機化合物としてニトログアニジン 20～55 重量%、低エネルギー性含窒素有機化合物として硝酸グアニジン 5～30 重量%、酸化剤として硝酸ストロンチウム 30～60 重量%、添加剤として窒化珪素 0.5～10 重量%及び合成ヒドロタルサイト 2～10 重量%を含有する (1) に記載のガス発生剤組成物、

(20) 高エネルギー性含窒素有機化合物としてニトログアニジン 20～55 重量%、低エネルギー性含窒素有機化合物として硝酸グアニジン 5～30 重量%、酸化剤として硝酸ストロンチウム 30～60 重量%、添加剤として窒化珪素 0.5～10 重量%及びセルロース系バインダー 2～10 重量%を含有する (1) に記載のガス発生剤組成物、

(21) 更に 10 重量%以下の硝酸カリウムを含有する (18) 乃至 (20) のいずれか 1 項に記載のガス発生剤組成物、

(22) 更に 30 重量%以下の塩基性硝酸銅を含有する (18) 乃至 (20) のいずれか 1 項に記載のガス発生剤組成物、

(23) 前記セルロース系バインダーが、カルボキシメチルセルロース、メチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロースよりなる群から選ばれる少なくとも 1 種である (20) に記載のガス発生剤組成物、

に関する。

【0011】

## 【発明の実施の形態】

本発明のガス発生剤組成物は、燃料、酸化剤、及び添加剤を含有するガス発生剤組成物であって、その燃料が、少なくとも1種の燃焼速度の速い含窒素有機化合物と少なくとも1種の燃焼速度の遅い含窒素有機化合物よりなるものである。

燃料の燃焼速度は用いられる酸化剤の物性、及びその燃焼速度に依存するところが多い。したがって、本発明においては、燃焼速度を議論する上で、燃料の燃焼温度に着目し、燃焼速度の速い含窒素化合物を高エネルギー性含窒素有機化合物、燃焼速度の遅い含窒素化合物を低エネルギー性含窒素有機化合物を定義付けた。すなわち、本発明のガス発生剤における燃料は、少なくとも1種の高エネルギー性含窒素有機化合物と、少なくとも1種の低エネルギー性含窒素有機化合物よりなるものであり、低エネルギー性含窒素有機化合物の50%平均粒径が40  $\mu\text{m}$ 以下、さらに好ましくは20  $\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする。このことにより、本発明のガス発生剤組成物は、異なる燃焼速度を示す2種以上のガス発生剤を組み合わせた、特定の形状に成形しなくとも、60リットルタンクテストにおいて、燃焼初期の燃焼速度が遅く、その後燃焼速度が速くなるといった燃焼挙動を示す。したがって、ガス発生剤の燃焼速度は一定に近いものとして取り扱い開示されているガス発生剤組成物とは根本的に原理を異にするものである。この意味において、本発明のガス発生剤組成物は、ガス発生剤が2層構造であったり、ガス発生剤形状を特に規定しなくとも、所望の燃焼挙動を得ることができる。

## 【0012】

通常、ガス発生剤組成物の燃料として2種以上の燃料を用いてガス発生剤を調製した場合、そのガス発生剤の燃焼速度は、それぞれの燃料単体より構成されるガス発生剤の燃焼速度の範囲を超えることは無く、ほぼその中間の燃焼速度で一定に近い値を示す。しかし、燃料の持つエネルギーに極端な差を持たせた場合、得られるガス発生剤の燃焼速度は一定なものではなく、ガス発生器において、着火からある程度の間、高エネルギー性燃料の燃焼を低エネルギー性燃料が阻害する形で初期の燃焼速度が遅くなる。そして、ガス発生器内の内部圧力が十分高くなり、ガス発生剤の燃焼速度が増加する。ここで、従来のガス発生剤組成物は、

ガス発生器が実際に作動する圧力の範囲において、ほぼ一定の燃焼速度を示していると近似しても差し支えないような特性を持つガス発生剤組成が選ばれている。これは、火薬類の燃焼速度に関する一般式、

$$V = a P^n \quad (\text{Vieille式})$$

V : 燃焼速度    a : 組成や温度に依存する指数    P : 圧力    n : 圧力指数

において、比較的圧力指数が低く、圧力による燃焼速度の変化が少ないガス発生剤組成物であることと同意である。したがって、ガス発生剤形状による燃焼挙動が、ガス発生速度を一次的に近似することで求められ、ガス発生器の燃焼性能がほぼ推測できる。ここで、仮に圧力指数の高いガス発生剤組成物であった場合には、温度変化や、ガス発生剤の粉化等が原因で、燃焼速度が急激に変化し、インフレータ用ガス発生器としては好ましくないものとなる。

#### 【0013】

本発明のガス発生剤組成物を用いたガス発生器は、60リットルタンクテストにより得られる燃焼曲線において、着火から20ms程度までの燃焼速度は遅く、20ms以後の燃焼速度は速くなる。また、本発明のガス発生剤組成物は、従来のガス発生剤組成物とほぼ同程度の圧力指数を示す。従って、本発明のガス発生剤組成物をガス発生器に用いることにより理想的な燃焼特性を実現することができる。

#### 【0014】

さらに詳しく説明する。

#### 【0015】

本発明において使用される高エネルギー性含窒素有機化合物とは、生成エンタルピーが高いものであり、比較的容易に燃焼し、速い燃焼速度を示すものである。高エネルギー性含窒素有機化合物としては、生成エンタルピーが $-200\text{ kJ/mol}$ （標準状態）以上のものが用いることができ、好ましくは $-100\text{ kJ/mol}$ 以上であり、その具体例としては、5-アミノテトラゾール、ニトログアニジン、トリアミノグアニジンナイトレートが挙げられる。

## 【0016】

また、本発明において使用される低エネルギー性含窒素有機化合物とは、生成エンタルピーが低いものであり、着火しにくく、遅い燃焼速度を示すものである。低エネルギー性含窒素有機化合物としては、生成エンタルピーが $-200\text{ kJ/mol}$ （標準状態）以下のものが用いることができ、好ましくは $-300\text{ kJ/mol}$ 以下であり、その具体例としては、硝酸グアニジン、オキサミド等が挙げられる。

本発明において高エネルギー性含窒素有機化合物と低エネルギー性含窒素有機化合物の組み合わせに制限はないが、その生成エンタルピーの差が $200\text{ kJ/mol}$ 以上であることが好ましい。

ここで、高エネルギー性含窒素有機化合物として、5-アミノテトラゾールが高い窒素含有率であり、取り扱い上の安全性が比較的高い等の理由から好ましい。また、ニトログアニジンも発生ガスモル数が多いことから、高エネルギー性含窒素有機化合物として好適である。

また、低エネルギー性含窒素有機化合物としては、通常、単体で酸化剤と組み合わせた場合燃焼速度が遅く、ガス発生器用には用いられることの少ない、硝酸グアニジンが、比較的入手しやすく、価格が安い等の理由から好ましい。

高エネルギー性含窒素有機化合物として5-アミノテトラゾールを、低エネルギー性含窒素有機化合物として硝酸グアニジンを用いた場合の生成エンタルピー差は $598\text{ kJ/mol}$ となり、高エネルギー性含窒素有機化合物としてニトログアニジンを、低エネルギー性含窒素有機化合物として硝酸グアニジンを用いた場合の生成エンタルピー差は $296\text{ kJ/mol}$ となる。

高エネルギー性含窒素有機化合物と低エネルギー性含窒素有機化合物との混合比は重量比にして $10:1\sim 1:10$ 、好ましくは $5:1\sim 1:5$ である。また、燃料としてガス発生剤組成物全体に対する含有量は $15\sim 85$ 重量%である。

## 【0017】

更に、高エネルギー性含窒素有機化合物として5-アミノテトラゾールを、低エネルギー性含窒素有機化合物として硝酸グアニジンを用いる場合の混合比は、重量比にして3対1から1対3の範囲であることが好ましい。また、高エネルギー

一性含窒素有機化合物としてニトログアニジンを、低エネルギー性含窒素有機化合物として硝酸グアニジンを用いる場合の混合比は、重量比にして5対1から1対1の範囲であることが好ましい。硝酸グアニジンの量が多すぎると著しい燃焼速度の低下を生じ、また、少なすぎると好適な燃焼性能が得られない。

低エネルギー性含窒素有機化合物の50%平均粒径は $40\mu\text{m}$ 以下、さらに好ましくは $20\mu\text{m}$ 以下が良い。実際には、50%平均粒径が小さくなるにつれて、ガス発生剤組成物の着火から20ms程度までの燃焼速度が遅くなる。低エネルギー性含窒素有機化合物、特に硝酸グアニジンは粉碎が困難であり $40\mu\text{m}$ 以下にまで粉碎してガス発生剤として用いられた例はこれまでにないが、50%平均粒径が $40\mu\text{m}$ 以上である場合には、燃焼初期の燃焼速度の低下が十分でなく、低エネルギー性燃料の効果が認められない。さらには、ガス発生剤組成物のプレス成形において、圧壊強度が十分に得られない。また、50%平均粒径が $5\mu\text{m}$ 以下である場合には、粉碎に多大なコストを必要とするため好ましくないが、本発明の効果は得ることができる。なお、本発明のガス発生剤組成物のプレス成形においては、 $40\mu\text{m}$ 以下に粉碎された硝酸グアニジンが固着剤としての機能を示すため、圧壊強度の強い（硬度の高い）ガス発生剤組成物の錠剤が得られる。

#### 【0018】

本発明において使用することができる酸化剤としては、硝酸塩、ハロゲン酸塩やクロム酸塩などの酸素酸塩、酸化物や過酸化物など、上述した高エネルギー性含窒素有機化合物及び低エネルギー性含窒素有機化合物からなる燃料を酸化することができるものであれば採用することができる。好適にはアルカリ金属又はアルカリ土類金属の硝酸塩、過塩素酸塩、塩素酸塩や、塩基性硝酸銅、相安定化硝酸アンモニウム又は過塩素酸アンモニウムとアルカリ金属又はアルカリ土類金属の硝酸塩、過塩素酸塩、塩素酸塩との混合物が挙げられるが、高粘性のスラグ形成金属成分を含有している硝酸ストロンチウムが好ましい。酸化剤は、ガス発生剤組成物が化学量論的に完全燃焼される当量付近で含有量を決定すれば良く、この当量を大きくはずれたガス発生剤組成物においては、燃焼ガス中における著しい $\text{CO}$ 、あるいは $\text{NO}_x$ ガスの増加をもたらすが、ガス発生剤組成物全体に対し

て、30～70重量%の範囲で決定すれば良い。30重量%未満では酸素供給量が不足して不完全燃焼を生じ、有害なCOガスを生じる恐れがある。一方、70重量%を越えると、逆に燃料の含有量不足が生じるおそれがあり、エアバック展開時に必要なガスが供給されないおそれがある。

本発明において酸化剤として好適な硝酸ストロンチウムはそれ自体単独で使用するか、或いはアルカリ金属の硝酸塩又は塩基性硝酸銅を加え、混合酸化剤として使用することも可能であり、具体例としては、硝酸ストロンチウムと硝酸カリウム、或いは硝酸ストロンチウムと塩基性硝酸銅の組み合わせが挙げられる。本発明のガス発生剤組成物における混合酸化剤は、アルカリ金属の硝酸塩、及び塩基性硝酸銅を少量添加するだけで、燃焼速度を上昇させ、良好な燃焼ガスを与えることに特徴がある。特に硝酸カリウムを加える場合においては、ガス発生剤全体に対して10重量%以下という低含有量でその効果を発揮する。10重量%を超えて硝酸カリウムを用いた場合、ガス発生剤の燃焼によって発生する流出スラグが増大する。これらカリウム由来のスラグは、ガス発生器内のフィルターにて濾過が困難であり、バッグ損傷、或いは乗員に火傷を負わせる恐れがある。また、本ガス発生剤の特徴である初期の燃焼速度を押えることが困難となり、乗員加害性が増加する恐れがある。

塩基性硝酸銅を加える場合の含有量は、ガス発生剤全体に対して30重量%以下であることが好ましい。塩基性硝酸銅を使用する場合には、硝酸カリウムを使用した場合とは異なり、スラグは容易に濾過することが可能である。従って、30重量%までは許容できるが、これを超える場合には、ガス発生剤の燃焼速度が低下し、所望の燃焼速度が得られない。

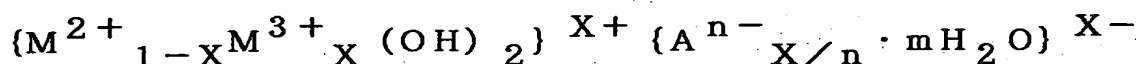
#### 【0019】

添加剤としては、スラグ形成剤、バインダー等が挙げられる。本発明のガス発生剤においては、スラグ形成剤として窒化珪素又は炭化珪素を用いることが好ましい。窒化珪素及び炭化珪素は、ファインセラミックスと呼ばれているものであり、熱的にも安定で、高強度の耐熱材料として使用されているものであるが、高温の酸化性雰囲気下では分解する性質がある。この性質を利用して、スラグ形成とガス発生の両方の作用を同時に行う。窒化珪素又は炭化珪素の含有量は、0。

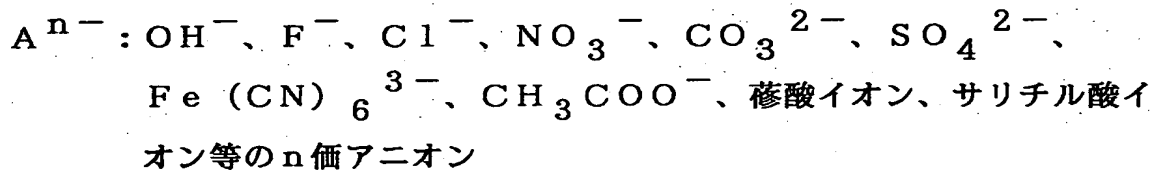
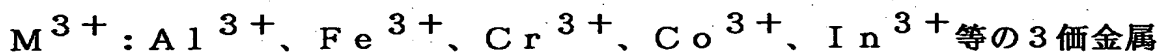
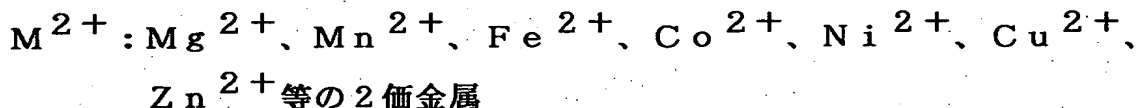
5～10重量%の範囲が好ましく、0.5重量%以下では、上記したスラグ捕集効果が期待できなくなり、また10重量%を越えると燃料や酸化剤の含有量が相対的に減少するので、ガス発生量不足を生じるおそれがある。特に、窒化珪素又は炭化珪素の微粒子を前記燃料若しくは酸化剤粉碎時に添加することで、固結防止剤としての効果も認められる。また、窒化珪素又は炭化珪素は、低エネルギーの燃料を含有する本発明のガス発生剤の燃焼速度を低下させることなくスラグ形成能力を発揮することを特徴とする。スラグ形成剤として $\text{SiO}_2$ を必要量添加した場合には著しい燃焼速度の低下を招くために、本発明においては好ましくない。

#### 【0020】

さらに、バインダー兼スラグ形成剤として、次の一般式で示されるヒドロタルサイト類を用いることが好ましい。



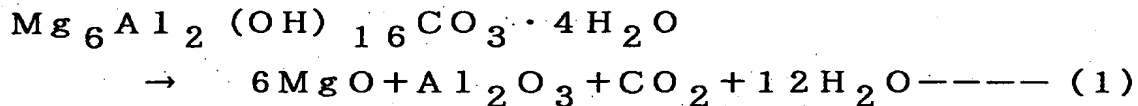
ここで、



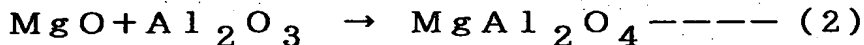
#### 【0021】

具体的には、前記ヒドロタルサイト類が、化学式 $Mg_6Al_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O$ で表される合成ヒドロタルサイト又は化学式 $Mg_6Fe_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O$ で表されるピロウライトが例示できる。このヒドロタルサイト類は、結晶水を有する多孔質の物質であり、含窒素有機化合物系のガス発生剤のバインダーとして極めて有効である。特にテトラゾール類を主成分とするガス発生剤組成物に対しては、一般のアジド系ガス発生剤の錠剤硬度よりもはるかに高い硬度を得ることが可能である。これはヒドロタルサイト類が共通して水

分を吸着しやすい性質を有しており、この性質がガス発生剤の各成分を強固に結合させる作用をなすものと考えられる。また、このバインダーを用いた錠剤は、高温、低温の繰り返しによる熱衝撃に対しても、ガス発生剤の特性、燃焼性に変化が無く、したがって実際に車両に搭載した際の経年劣化が少ないものとなる。さらにヒドロタルサイト類は、ガス発生剤の燃焼の際に、例えば合成ヒドロタルサイトの場合は次の反応式に示すように反応する。



このため、有害ガスを発生せず、また、反応自体は吸熱反応であるので、ガス発生剤の発熱量を低減させる効果もある。また、合成ヒドロタルサイトの分解生成物自体も、次式に示す酸塩基反応であるスラグ反応によって容易に濾過可能なスピネルを形成する。



バインダーの含有量は2～10重量%の範囲が好ましく、2重量%未満である場合には、バインダーとしての機能が達成しがたく、10重量%を超えると燃料や酸化剤の含有量が相対的に減少するので、ガス発生量の不足を生じるおそれがある。また、ヒドロタルサイト類をガス発生剤組成物に添加することで、ガス発生剤組成物の感度を低下させ、結果、製造時の安全性が向上するという効果も認められる。

#### 【0022】

また、バインダーとしてセルロース系バインダー又は天然高分子を用いることができる。このバインダーはガス発生剤組成物を押し出し成形する場合に好適であり、具体例として、カルボキシメチルセルロース、メチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロースやヒドロキシプロピルメチルセルロース、グアーガム、トラガカントゴムなどが挙げられる。これらセルロース系バインダーの含有量は2～10重量%が好ましい。

#### 【0023】

次に、本発明の好ましい組み合わせについて説明する。本発明のガス発生剤組成物において、燃料に5-アミノテトラゾール及び硝酸グアニジン、酸化剤に硝

酸ストロンチウム、スラグ形成剤に窒化珪素、バインダーに合成ヒドロタルサイトを用いた組み合わせが好ましい。これら含有率については、5-アミノテトラゾール10~30重量%、硝酸グアニジン5~30重量%、硝酸ストロンチウム30~70重量%、窒化珪素0.5~10重量%、合成ヒドロタルサイト2~10重量%が好ましく、更に燃焼速度を上昇させるために10重量%以下の硝酸カリウムを含有させるのがよい。硝酸グアニジンは低エネルギーであるがゆえに、含有量に応じて、燃焼速度が低下する傾向がある。また、硝酸グアニジンは粒子が硬いために粉碎が困難であり、ガス発生剤の製造における一般的な粉碎手段として用いられるピンミルやボールミルでは、50%平均粒径が50 $\mu$ m以上のものは容易に得られるものの、40 $\mu$ m以下、特に20 $\mu$ m以下までに粉碎するのは極めて困難であり、ジェットミル等の特殊な粉碎機を用いる必要がある。また、スラグ形成剤は窒化珪素が好ましい。窒化珪素を添加することで、燃焼速度を低下させることなく、良好なスラグ捕集性を実現する。バインダーは合成ヒドロタルサイトが好ましく、ガス発生剤の硬度の向上だけでなく、発熱量の低下、良好なスラグ捕集能力も認められる。

#### 【0024】

また、本発明のガス発生剤組成物において、燃料にニトログアニジン及び硝酸グアニジン、酸化剤に硝酸ストロンチウム、スラグ形成剤に窒化珪素、バインダーにセルロース系バインダーを用いた組み合わせも好ましい。これらの含有率については、ニトログアニジン20~55重量%、硝酸グアニジン5~30重量%、硝酸ストロンチウム30~60重量%、窒化珪素0.5~10重量%、セルロース系バインダー又は合成ヒドロタルサイト2~10重量%が好ましく、更に燃焼速度を上昇させるために10重量%以下の硝酸カリウム又は30重量%以下の塩基性硝酸銅を含有させるのがよい。ニトログアニジン及び硝酸グアニジンを燃料に含む本発明のガス発生剤組成物は、特に、押し出し成形によってガス発生剤が成形される形態が好ましく、このときバインダーとしてはセルロース系バインダーが特に有利である。バインダーの種類は、水を溶媒として適度な粘性を示すものであれば、特に限定されるものではない。ただし、酸化剤に相安定化硝酸アンモニウムを含有する場合には、アニオン性のバインダーを用いると、イオン反

応を起こし、耐熱性が著しく低下するために好ましくない。この場合、好ましくはノニオン性のバインダーである。スラグ形成剤は窒化珪素が好ましい。窒化珪素を添加することで、燃焼速度を低下させること無く、良好なスラグ捕集性を実現する。

#### 【0025】

本発明のガス発生剤組成物の形状は、粉状、顆粒状、ペレット状のいずれでも良く、また混練薬剤を注型、もしくは、押し出し成形としても良い。成形しうる形状としては、例えば錠剤状、単孔円筒状、多孔円筒状等が挙げられる。

#### 【0026】

次に本発明のガス発生剤組成物の製造法について説明する。本発明のガス発生剤組成物は、プレス成形、押し出し成形の何れの方法にても実施可能である。なお、成形後に熱処理を行うことで、ガス発生剤組成物を十分に乾燥させ、水分に起因する着火遅れの防止や耐環境性の向上を果たすことができる。

プレス成形を行う場合、まず、燃料成分、及び酸化剤に固結防止剤を添加し、V型混合機で混合した後に粉碎を行う。粉碎済み燃料成分、粉碎済み酸化剤、成形用助剤を所定量計り取り、V型混合機で均一に混合した後、プレス成形機に投入した後、熱処理を行う。得られたガス発生剤成形体はガス発生剤組成物として用いられる。

押し出し成形を行う場合、同様に燃料成分、酸化剤を粉碎し、各成分をスパイラルミキサに計り取り、外割りで8～25重量%の水を加え、十分に混練し、粘性を有する湿薬にする。その後、真空混練押出成形機を用いて、所望の形状に押し出し成形し、適宜切断した後、熱処理を行う。このようにして得られた押し出し成形体をガス発生剤組成物として用いられる。

#### 【0027】

##### 【実施例】

実施例により、本発明をより詳細に説明する。

#### 【0028】

##### 実施例 1

燃料として5-アミノテトラゾール：24.7重量部（50%粒径、15  $\mu$ m

）、および硝酸グアニジン 11.9 重量部（50%粒径、30  $\mu\text{m}$ ）、酸化剤として硝酸ストロンチウム：53.4 重量部（50%粒径、13  $\mu\text{m}$ ）、スラグ形成剤として窒化珪素：5.0 重量部（50%粒径、5  $\mu\text{m}$ ）およびバインダーとして合成ヒドロタルサイト：5.0 重量部（50%粒径、10  $\mu\text{m}$ ）、をV型混合機により乾式混合した。次に、混合粉末全量に対して15重量部の水を噴霧しながら混合し、その後湿式造粒を行い、粒径1mm以下の顆粒状にした。この顆粒を加熱乾燥した後、回転式打錠機でプレス成形して、直径5mm、高さ1.5mm、の本発明のガス発生剤組成物の錠剤を得た。

この錠剤を図1で示されるガス発生器1に40g充填した。なお、ガス発生器1は、点火装置2と伝火薬3が配置された中央の点火室7と、その周囲のガス発生剤4が充填された燃焼室8と、さらにその周囲の金網5が配置された冷却フィルタ室9とから構成され、燃焼ガスは、冷却フィルタ室9を経て、ハウジングのガス噴出口6から外部へ噴出するようになっている。このガス発生器1を、内容積60リットルの容器に取り付けた後、ガス発生器1を作動させ、容器内にガスを放出させて、容器内圧力の時間変化の測定を行った。この60リットルタンクテストの結果を表1に示す。

【0029】

## 実施例 2

燃料として5-アミノテトラゾール：19.7重量部（50%粒径、15  $\mu\text{m}$ ）、および硝酸グアニジン 19.7 重量部（50%粒径、10  $\mu\text{m}$ ）、酸化剤として硝酸ストロンチウム：50.6 重量部（50%粒径、13  $\mu\text{m}$ ）、スラグ形成剤として窒化珪素：5.0 重量部（50%粒径、5  $\mu\text{m}$ ）およびバインダーとして合成ヒドロタルサイト：5.0 重量部（50%粒径、10  $\mu\text{m}$ ）、をV型混合機により乾式混合した。次に、混合粉末全量に対して15重量%の水を噴霧しながら混合し、その後湿式造粒を行い、粒径1mm以下の顆粒状にした。この顆粒を加熱乾燥した後、回転式打錠機でプレス成形して、直径5mm、高さ1.5mm、の本発明のガス発生剤組成物の錠剤を得た。

このガス発生剤を図1で示されるガス発生器1に40g充填し、実施例1と同様の試験を行った。得られた結果を表1および図2のaに示す。

## 【0030】

## 実施例 3

燃料として5-アミノテトラゾール：19.4重量部（50%粒径、15 $\mu$ m）、および硝酸グアニジン19.4重量部（50%粒径、10 $\mu$ m）、酸化剤として硝酸ストロンチウム：44.2重量部（50%粒径、13 $\mu$ m）、および硝酸カリウム：7.0重量部（50%粒径、35 $\mu$ m）スラグ形成剤として窒化珪素：5.0重量部（50%粒径、5 $\mu$ m）およびバインダーとして合成ヒドロタルサイト：5.0重量部（50%粒径、10 $\mu$ m）、をV型混合機により乾式混合した。次に、混合粉末全量に対して15重量%の水を噴霧しながら混合し、その後湿式造粒を行い、粒径1mm以下の顆粒状にした。この顆粒を加熱乾燥した後、回転式打錠機でプレス成形して、直径6mm、高さ1.5mm、の本発明のガス発生剤組成物の錠剤を得た。

このガス発生剤を図1で示されるガス発生器1に40g充填し、実施例1と同様の試験を行った。得られた結果を表1に示す。

## 【0031】

## 実施例 4

燃料としてニトログアニジン：41.5重量部（50%粒径、20 $\mu$ m）、および硝酸グアニジン8.2重量部（50%粒径、10 $\mu$ m）、酸化剤として硝酸ストロンチウム：35.3重量部（50%粒径、13 $\mu$ m）、および硝酸カリウム：5.0重量部（50%粒径、35 $\mu$ m）、スラグ形成剤として窒化珪素：5.0重量部（50%粒径、5 $\mu$ m）およびバインダーとして合成ヒドロタルサイト：5.0重量部（50%粒径、10 $\mu$ m）をV型混合機により乾式混合した。次に、混合粉末全量に対して15重量%の水を噴霧しながら混合し、その後湿式造粒を行い、粒径1mm以下の顆粒状にした。この顆粒を加熱乾燥した後、回転式打錠機でプレス成形して、直径5mm、高さ2.0mm、の本発明のガス発生剤組成物の錠剤を得た。

この成形体を図1で示されるガス発生器1に35g充填し、実施例1と同様の試験を行った。得られた結果を表1に示す。

## 【0032】

## 実施例 5

燃料としてニトログアニジン：42.1重量部（50%粒径、20 $\mu$ m）、および硝酸グアニジン8.7重量部（50%粒径、30 $\mu$ m）、酸化剤として硝酸ストロンチウム：39.2重量部（50%粒径、13 $\mu$ m）、スラグ形成剤として窒化珪素：5.0重量部（50%粒径、5 $\mu$ m）およびバインダーとしてメチルセルロース：5.0重量部をV型混合機により乾式混合した。次に、混合粉末全量に対して15重量%の水を噴霧しながら混合し、その後、混練機により真空脱気しながら混練した。得られた粘土状ガス発生剤組成物をスクリー式押し出し成型機にて成形後これを加熱乾燥し、外形が直径3mm、高さ2mmの円柱状ガス発生剤組成物成形体を得た。

この成形体を図1で示されるガス発生器1に35g充填し、実施例1と同様の試験を行った。得られた結果を表1および図2のbに示す。

【0033】

## 実施例 6

燃料としてニトログアニジン：34.7重量部（50%粒径、20 $\mu$ m）、および硝酸グアニジン9.5重量部（50%粒径10 $\mu$ m）、酸化剤として硝酸ストロンチウム：36.8重量部（50%粒径、13 $\mu$ m）、および塩基性硝酸銅：10.5重量部（50%粒径、11 $\mu$ m）、スラグ形成剤として窒化珪素：3.5重量部（50%粒径、5 $\mu$ m）およびバインダーとしてメチルセルロース：5.0重量部をV型混合機により乾式混合した。次に、混合粉末全量に対して15重量%の水を噴霧しながら混合し、その後、混練機により真空脱気しながら混練した。得られた粘土状ガス発生剤組成物をスクリー式押し出し成型機にて成形後これを加熱乾燥し、外形が直径4mm、高さ2mmの円柱状ガス発生剤組成物成形体を得た。

この成形体を図1で示されるガス発生器1に35g充填し、実施例1と同様の試験を行った。得られた結果を表1に示す。

【0034】

## 比較例 1

燃料として5-アミノテトラゾール：30.9重量部（50%粒径、15 $\mu$ m）

m)、酸化剤として硝酸ストロンチウム: 57.9重量部(50%粒径、 $13\mu\text{m}$ )、スラグ形成剤として窒化珪素: 5.0重量部(50%粒径、 $5\mu\text{m}$ )およびバインダーとして合成ヒドロタルサイト: 5.0重量部(50%粒径、 $10\mu\text{m}$ )、をV型混合機により乾式混合した。次に、混合粉末全量に対して15重量部の水を噴霧しながら混合し、その後湿式造粒を行い、粒径 $1\text{mm}$ 以下の顆粒状にした。この顆粒を加熱乾燥した後、回転式打錠機でプレス成形して、直径 $5\text{mm}$ 、高さ $2.0\text{mm}$ 、のガス発生剤錠剤を得た。

この錠剤を図1で示されるガス発生器1に40g充填し、実施例1と同様の試験を行った。得られた結果を表1および図2のcに示す。

#### 【0035】

##### 比較例2

燃料として硝酸グアニジン: 50.6重量部(50%粒径、 $15\mu\text{m}$ )、酸化剤として硝酸ストロンチウム: 39.4重量部(50%粒径、 $13\mu\text{m}$ )、スラグ形成剤として窒化珪素: 5.0重量部(50%粒径、 $5\mu\text{m}$ )およびバインダーとして合成ヒドロタルサイト: 5.0重量部(50%粒径、 $10\mu\text{m}$ )、をV型混合機により乾式混合した。次に、混合粉末全量に対して15重量部の水を噴霧しながら混合し、その後湿式造粒を行い、粒径 $1\text{mm}$ 以下の顆粒状にした。この顆粒を加熱乾燥した後、回転式打錠機でプレス成形して、直径 $5\text{mm}$ 、高さ $1.5\text{mm}$ 、のガス発生剤錠剤を得た。

この錠剤を図1で示されるガス発生器1に40g充填し、実施例1と同様の試験を行った。得られた結果を表1および図2のdに示す。

#### 【0036】

##### 比較例3

燃料として5-アミノテトラゾール: 24.7重量部(50%粒径、 $15\mu\text{m}$ )、および硝酸グアニジン11.9重量部(50%粒径 $50\mu\text{m}$ )、酸化剤として硝酸ストロンチウム: 53.4重量部(50%粒径、 $13\mu\text{m}$ )、スラグ形成剤として窒化珪素: 5.0重量部(50%粒径、 $5\mu\text{m}$ )およびバインダーとして合成ヒドロタルサイト: 5.0重量部(50%粒径、 $10\mu\text{m}$ )、をV型混合機により乾式混合した。次に、混合粉末全量に対して15重量部の水を噴霧し

ながら混合し、その後湿式造粒を行い、粒径 1 mm 以下の顆粒状にした。この顆粒を加熱乾燥した後、回転式打錠機でプレス成形して、直径 5 mm、高さ 1.5 mm、のガス発生剤錠剤を得た。

この錠剤を図 1 で示されるガス発生器 1 に 40 g 充填し、実施例 1 と同様の試験を行った。得られた結果を表 1 及び図 2 の e に示す。

#### 【0037】

実施例 1～6 において、本発明のガス発生剤組成物の成形体は、表 1 および図 2 の結果から明らかなように、60 リットルタンクテストにおいて、着火から 10～20 ms でのガス発生速度が抑えられ、20 ms 以降のガス発生速度がより急に立ち上がっており、また、40 ms 以降では従来と同等の圧力となり、好適なガス発生器の燃焼性能が得られていることがわかる。

ここで、比較例 1 によると、硝酸グアニジンを添加していない、すなわち燃料が 1 種の高エネルギー性含窒素有機化合物よりなる場合には、表 1 および図 2 より 20 ms までの 60 リットルタンク圧力が、大きく、インフレータとしては、より加害性の高いものとなる。また、比較例 2 によると、低エネルギー性燃料である硝酸グアニジンのみよりなるガス発生剤組成物の場合、図 2 より、極端な燃焼速度の低下が認められ、ガス発生剤として不適なものとなる。また、比較例 3 によると、硝酸グアニジンの 50 % 平均粒径が 40  $\mu$ m を超える場合には、比較例 1 とほぼ大差のない 60 リットルタンク圧力となり、本発明のような効果が認められない。

#### 【0038】

【表 1】

60 リットルタンクテスト圧力 (kPa)

	10 ms	20 ms	30 ms	40 ms	50 ms
実施例 1	18.0	62.0	136.0	158.0	178.0
実施例 2	17.0	60.0	136.5	163.0	182.0
実施例 3	17.5	63.0	138.5	166.0	178.0
実施例 4	15.0	69.0	141.0	169.5	180.0
実施例 5	16.0	53.0	119.0	151.0	174.0

実施例 6	16.5	57.5	124.0	160.0	175.0
比較例 1	37.0	105.0	143.0	166.0	177.0
比較例 2	12.0	27.0	44.0	63.0	82.0
比較例 3	24.0	97.0	138.0	163.0	178.0

【0039】

【発明の効果】

以上の説明から明らかなように、本発明のガス発生剤組成物は、燃料が、燃焼速度の速い高エネルギー性含窒素有機化合物と、燃焼速度の遅い低エネルギー性含窒素有機化合物よりなる少なくとも2種以上の含窒素有機化合物からなり、低エネルギー性含窒素有機化合物の50%平均粒径が40 $\mu$ m以下とすることで、ガス発生器として好適な燃焼挙動を示すガス発生剤組成物を提供する。すなわち、乗員加害性の少ない燃焼性能を有するガス発生器を、簡単かつ低コストで実現する。

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明の各実施例で使用したエアバッグ用ガス発生器1の概略図である。

【図2】

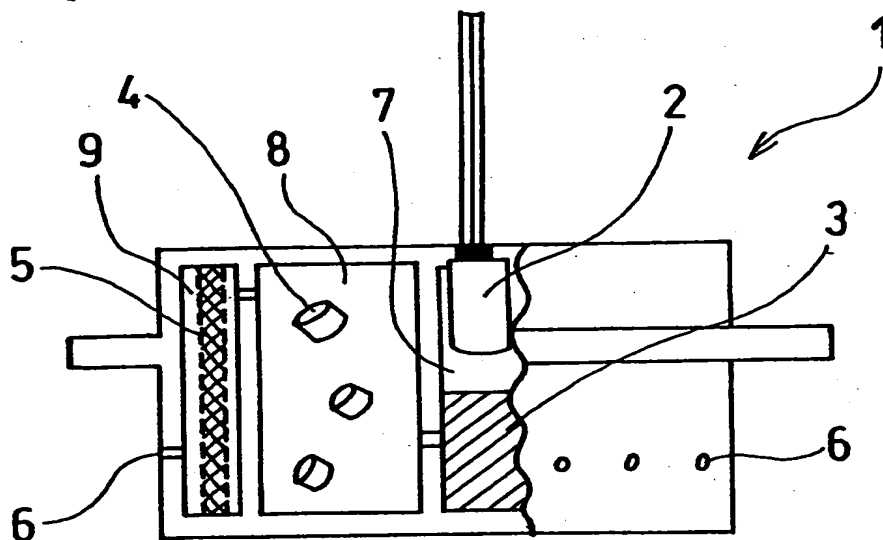
60リットルタンクテストの結果を示すグラフである。

【符号の説明】

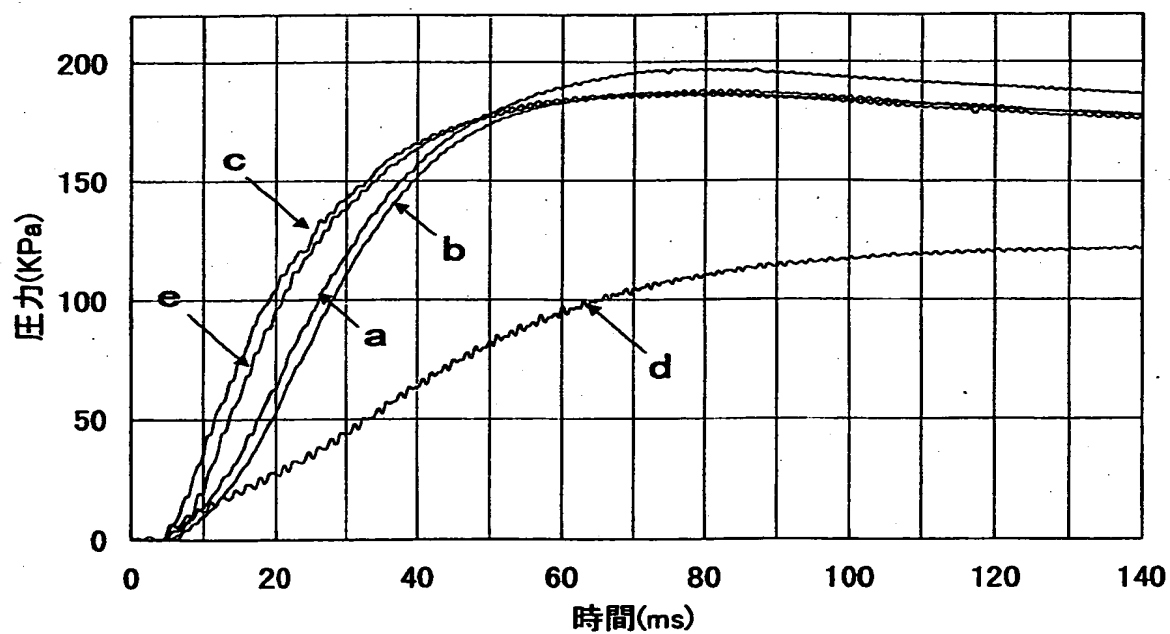
- 1 エアバッグ用ガス発生器
- 2 点火器
- 3 伝火薬
- 4 ガス発生剤
- 5 冷却フィルター部材
- 6 ガス放出孔
- 7 中央点火室
- 8 燃焼室
- 9 冷却フィルター室

【書類名】 図面

【図 1】



【図 2】



【書類名】要約書

【要約】

【課題】自動車用エアバックまたはプリテンショナーに有用なガス発生剤組成物にあって、複雑な製造工程を必要とせず、また、ガス発生剤形状に制限を受けることなく、より理想的な燃焼性能を実現するガス発生剤を実現するガス発生剤組成物を提供すること

【解決手段】燃料、酸化剤、及び添加剤よりなるガス発生剤組成物であって、その燃料が、少なくとも1種の高エネルギー性含窒素有機化合物と、少なくとも1種の低エネルギー性含窒素有機化合物より、該低エネルギー性含窒素有機化合物の50%平均粒径が40  $\mu\text{m}$ 以下であるガス発生剤組成物

【選択図】なし

特平 11-298989

認定・付加情報

特許出願の番号	平成11年 特許願 第298989号
受付番号	59901028013
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0095
作成日	平成11年10月27日

<認定情報・付加情報>

【提出日】

平成11年10月21日

次頁無

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[000004086]

1. 変更年月日 1990年 8月 9日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都千代田区富士見1丁目11番2号

氏 名 日本化薬株式会社

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**